

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-204612
(43)Date of publication of application : 04.08.1998

(51)Int.Cl. C23C 8/80

(21)Application number : 09-021927 (71)Applicant : NIPPON SEIKO KK
(22)Date of filing : 22.01.1997 (72)Inventor : UEDA KOJI
KIUCHI AKIHIRO
OKITA SHIGERU

(54) DEHYDROGENATION FOR MACHINE PARTS

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a dehydrogenating method for machine parts capable of reducing hydrogen infiltrated at the time of carburizing treatment or carbonitriding treatment.

SOLUTION: Machine parts are subjected to carburizing treatment or carbonitriding treatment under prescribed conditions and are thereafter held under heating in a vacuum to release diffusible hydrogen and nondiffusible hydrogen from the steel. In this way, the formation of a surface abnormal layer and the generation of soot can be prevented, and furthermore, hydrogen in the steel can be removed in a short time only by the increase of vacuum equipment without requiring the remarkable change of the equipment.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-204612

(43)公開日 平成10年(1998)8月4日

(51)Int.Cl.⁶

C 23 C 8/80

識別記号

F I

C 23 C 8/80

審査請求 未請求 請求項の数1 FD (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平9-21927

(22)出願日 平成9年(1997)1月22日

(71)出願人 000004204

日本精工株式会社

東京都品川区大崎1丁目6番3号

(72)発明者 植田 光司

神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号

日本精工株式会社内

(72)発明者 木内 昭広

神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号

日本精工株式会社内

(72)発明者 沖田 滉

神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号

日本精工株式会社内

(74)代理人 弁理士 渡部 敏彦

(54)【発明の名称】 機械部品の脱水素処理方法

(57)【要約】

【課題】 浸炭処理時又は浸炭窒化処理時に侵入する水素の低減化を図ることができる機械部品の脱水素処理方法を提供する。

【解決手段】 機械部品を所定条件下で浸炭処理又は浸炭窒化処理をした後、真空下で加熱保持して鋼中から拡散性水素及び非拡散性水素を放出させる。これにより、表面異常層の形成や焼の発生を防止することができると共に、大幅な設備の変更を要せず真空設備の増設のみで鋼中の水素を短時間で除去することが可能となる。

て生じ得る。

【0009】そして、かかる水素に起因する材料欠陥は、特に軸受のような高強度を有し、比較的大きな繰り返し応力が作用する機械部品においては以下のよう問題点があった。すなわち、斯かる高強度材からなる機械部品においては、高濃度の水素が鋼中に残存して脆化すると、マイクロクラックが発生して早期剥離（フレーリング）を招来し、機械部品の寿命が大幅に低下するという問題点があった。

10 【0010】本発明はこのような問題点に鑑みなされたものであって、浸炭処理時又は浸炭窒化処理時に侵入する水素の低減化を図ることができる機械部品の脱水素処理方法を提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】本願出願人は、浸炭処理時に機械部品に侵入する水素の低減化を図るべく鋭意研究した結果、真空下で加熱保持することにより、鋼中に存在する拡散性水素等の不純物を除去することができるという知見を得た。

20 【0012】本発明は斯かる知見に基づき浸炭処理又は浸炭窒化処理に真空置換を適用したものであって、本発明に係る機械部品の脱水素処理方法は、所定条件下で浸炭処理又は浸炭窒化処理をした後、真空下で加熱保持して脱水素処理を施すことを特徴としている。

【0013】本発明によれば、表面異常層の形成や煤の発生を防止することができると共に、大幅な設備の変更を要せず真空設備の増設のみで鋼中の水素を短時間で除去することが可能となる。

【0014】

30 【発明の実施の形態】次に、本発明の実施の形態について詳説する。

【0015】まず、本願出願人は、鋼中に水素が侵入した場合の機械部品の寿命特性に及ぼす影響を検討した。

【0016】S C r 4 4 0 鋼について $\phi 6.5 \times 6 \text{ mm}^2$ の試験片を作製し、950°Cで20時間浸炭処理した後、室温に到達するまで放冷した。次いで、放冷後の試験片を860°Cで30分間加熱保持した後、焼入処理を行い（硬化熱処理）、その後、160°Cで2時間の焼戻処理を行い、かかる後、表面研磨後電解法により電解時間を

40 変えて試験片中に水素をチャージし、その後寿命試験を行なった。

【0017】水素チャージ条件は以下の通りである。

【0018】【水素チャージ条件】

電解液：5%硫酸溶液

陽極：白金

陰極：試験片

電流密度：0.02 A/cm²

電解時間：1、3、5時間

また、寿命試験は、特殊鋼便覧、第1版、第10～21頁（電気製鋼研究所編、理工学社：1969年5月25

【特許請求の範囲】

【請求項1】 機械部品を所定条件下で浸炭処理又は浸炭窒化処理をした後、真空下で加熱保持して脱水素処理を施すことを特徴とする機械部品の脱水素処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は機械部品の脱水素処理方法に関し、より詳しくは、自動車、農業機械、建設機械などに使用される軸受、歯車等の機械部品の脱水素処理方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来より、耐摩耗性、疲労強度又は韌性等が要求される機械部品、特に軸受や歯車等の高い耐摩耗性や疲労強度が要求される機械部品は、機能性の向上を図るために合金鋼にガス浸炭処理や浸炭窒化処理等の表面硬化処理が施される。

【0003】このようなガス浸炭処理等は、簡単に連続炉を構成することができる一方、煤の発生により炉や処理品が堆積するため、炉が汚れたり或いは浸炭ガスが空気と接触しやすくなつて製品の品質の安定性に欠けるという欠点があった。

【0004】このため、近年では、真空排気装置を設け、処理品である機械部品の炉内への搬入や浸炭処理後等の焼入時に真空置換を行なう方法が採用されており、また実開平3-45946号公報では浸炭処理後に真空下で拡散処理を施して酸素分圧を低下させることにより、処理材表面の酸化物を除去し、煤の付着を防止する技術が提案されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記従来の技術では、ガス浸炭処理時において機械部品が浸炭雰囲気中に含まれる水素に晒されるため、水素ガスが該機械部品の鋼中に拡散されて内部に侵入する。特に、長時間の浸炭時間を要する超大型の機械部品を浸炭処理する場合は、熱処理後において機械部品の鋼中に残存する水素量が高くなり、水素に起因した材料欠陥が生じる虞がある。

【0006】ところで、水素に起因する材料欠陥としては、白点性欠陥と呼称されるものと遅れ破壊と呼称されるものがある。

【0007】白点性欠陥は、熱処理後の冷却時や室温放置時に毛割れ状の内部欠陥が生じる現象であつて、該白点性欠陥は、鋼中に高濃度の水素が存在する場合に、水素が介在物等の材料欠陥近傍でガス化し、変態応力等の応力が付加されることにより、割れが発生するものと考えられる。

【0008】一方、遅れ破壊は、高張力鋼において鋼中に残存する水素によって機械部品が脆化し、降伏点よりも遙かに低い応力で脆性破壊が生じる現象であつて、該遅れ破壊は所定の潜伏期間を経て広範囲の荷重にわたつ

日)に記載のスラスト形軸受鋼試験機を使用して行なった。

【0019】試験片の寿命は、各試験片について顕微鏡又は肉眼で視認できるクラック又は剥離が約10%発生した時点を寿命と判定し(L_{10} 寿命)、かかる時点に至るまでの累積回転数でもって寿命を評価した。

【0020】尚、寿命試験の試験条件は以下の通りである。

【0021】[寿命試験の試験条件]

面圧: 4900 MPa

回転数: 3000 cpm

潤滑油: #68ターピン油(日本石油(株)製)

混入異物:

$$\text{水素濃度 (ppm)} = \frac{\text{水素重量}}{\text{試験片の重量}} \cdots (1)$$

尚、浸炭放冷品については、これら浸炭放冷品を直ちにドライアイス入りのジュワー瓶中に保存して水素成分が試験片から離脱するのを避け、さらにジュワー瓶から試験片を取り出して1時間以内に表面研磨、脱脂、冷風乾燥を行って水素分析の測定を開始した。

【0023】水素分析の測定条件は以下の通りである。

【0024】[水素分析の測定条件]

加熱炉: 赤外線イメージ炉

加熱温度: 室温~700°C

昇温速度: 10°C/min

図1は、試験片の水素濃度(ppm)と試験片の寿命(L_{10} 寿命)との関係を示したものである。

【0025】この図1から明らかのように、試験片の水素濃度が減少するに伴い、 L_{10} 寿命が向上し、水素濃度が1ppm以下になると L_{10} 寿命が飛躍的に向上する。しかも、水素濃度が0.8ppm以下になると水素濃度1ppm以上の場合に比べ、 L_{10} 寿命は2倍以上になるのが判る。これは水素濃度が高くなると水素脆化によってマイクロクラックが発生し易くなり、その結果早期剥離を起こすためであり、この図1の寿命特性図より水素濃度を1ppm、好ましくは0.8ppm以下にすれば飛躍的な耐久性向上を図ることができることが判明した。

【0026】次に、上述のように950°Cで20時間浸炭処理を施した浸炭放冷品、及び浸炭処理後、950°Cで30分間、真空度1Torrで加熱保持して脱水素処理を施した後放冷した試験片(以下、「脱水素処理品」という)について上述した真空加熱法で水素量を測定した際の加熱温度と水素放出速度の関係を測定した。

【0027】図2は、斯かる加熱温度と水素放出速度との関係を示す特性図であつて、図2中、特性Aは浸炭放冷品の水素放出特性であり、特性Bは脱水素処理品の水素放出特性を示している。

【0028】浸炭放冷品及び脱水素処理品共に、室温から昇温してゆくと、水素放出のピークは200~250°C、及び450~500°Cの2箇所に認められる。この

*組成: Fe₃C(セメンタイト)系粉末

ロックウェル硬さ: HRC52

粒径: 74~147μ

混入量: 潤滑油中に300ppm

また、水素分析は浸炭放冷後の試験片(以下、「浸炭放冷品」という)及び寿命試験後の剥離の生じた試験片

(以下、「寿命試験品」という)について行い、試験片の鋼中水素濃度を測定した。具体的には、水素分析は浸炭放冷品及び寿命試験品の双方について、真空加熱法により試験片から水素を放出して質量分析計で水素重量を測定し、その後式(1)にしたがって水素濃度を算出した。

* 【0022】

図2において、低温側で放出される水素が拡散性水素であり、高温側で放出される水素が非拡散性水素である。そして、白点性欠陥や遅れ破壊等の材料欠陥を惹起させるのは低温側で放出される拡散性水素であるとされている。

【0029】本願出願人は、高温真空融解法(JIS Z 2614)によって試験片の総水素量を計測し、該総水素量から試験片に対する水素濃度を計測したところ、浸炭放冷品の水素濃度は3.3ppmと高かったのに対し、脱水素処理品の水素濃度は0.73ppmと大幅に減少することが判った。しかも、本実施の形態における脱水素処理品は、試験片中の総水素濃度を1ppm以下とすることにより、短時間の処理で拡散性水素のみならず非拡散性水素をも同時に除去することができ、浸炭及び浸炭窒化時に試験片中に侵入した水素に起因する白点性欠陥や遅れ破壊等の材料欠陥を防止することができる事が判明した。

【0030】次に、加熱保持温度及び真空中の臨界値について検討する。

【0031】[加熱保持温度] 水素の拡散速度はいわゆるA₁変態点の温度以下、すなわち組織が(フェライト+パーライト)である場合が最も速いため、加熱保持温度としてはA₁変態点直下に恒温保持して(フェライト+パーライト)に変態させて、脱水素処理を行うのが望ましい。図2に示す水素放出特性を考慮すると、脱水素処理温度を450°C以上に設定すると拡散性水素及び非拡散性水素の双方を除去することができる。一方、加熱保持温度が400°C以下の場合は拡散性水素のみの除去しか行なうことができず、総水素濃度を十分に低下させることができない。すなわち、加熱保持温度の下限温度としては450°Cが望ましい。また、加熱保持温度の上限温度は、上述した理由からA₁変態点直下温度が望ましいが、浸炭処理又は浸炭窒化処理後、引き続いて同一温度(例えば、950°Cで浸炭処理の場合は950°C)で真空中脱水素処理を施しても同一の効果を得ることができる。

【0032】尚、浸炭処理又は浸炭窒化処理を施した後、放冷し、その後、上記加熱保持温度に再加熱、保持しても所望の脱水素効果を得ることができる。但し、浸炭処理又は浸炭窒化処理を施した後に実行される放冷の冷却速度が速すぎた場合は水素が残存するため温度低下に伴い水素ガスが析出し、白点性欠陥が生じる虞があるため前記放冷は徐冷制御を行う必要がある。

【0033】〔真密度〕脱水素処理時の真密度が鋼中の水素濃度に及ぼす影響について以下の実験を行なった。

【0034】S C r 4 4 0 鋼について $\phi 6.5 \times 6\text{ mm}$ のスラスト形試験片を 100 個作製し、950°C で 20 時間浸炭した後、室温に到達するまで放冷した。次いで、種々の真密度について 950°C で 30 分間加熱保持して脱水素処理を行い、水素分析を行なった。尚、水素濃度は、上記真空加熱法により測定した。

【0035】図 3 は真密度と水素濃度との関係を示す特性図である。

【0036】この図 3 から明らかなように、真空加熱処理を施すことにより水素濃度が減少し、真密度が 1 Torr 以下に減圧すると試験片の水素濃度が短時間に 1 ppm 以下に減少することが判明した。一方、真密度を高くするほど水素濃度は低下して白点性欠陥や遅れ破壊等の材料欠陥に対する安全性が高まるため、真密度は 0.1 Torr 以下に減圧するのが望ましい。以上より、本実施の形態では真密度は 0.1 ~ 1 Torr に設定した。

【0037】このように本実施の形態では真密度を 0.1 ~ 1 Torr に設定しているが、かかる真密度は汎用の油 *

*回転ポンプで到達可能な真密度であり、経済的にも低廉で済む。また、1 Torr 程度の真密度は極度の高真密度ではなく、しかも短時間処理のため脱水素、脱窒素等が生じることもない。

【0038】尚、本発明に係る機械部品の脱水素処理方法は、鋼の種類に関係なく適用することができる。これは合金元素の添加により、水素の拡散速度については影響を受けるものの、その影響度合は僅かである一方、水素の拡散速度は温度、真密度及び組織による影響の方が遙かに大きく、上述した加熱保持温度及び真密度では鋼種による効果の差異は殆ど生じないためである。

【0039】

【実施例】次に、本発明の実施例について具体的に説明する。

【0040】まず、成分組成の異なる鋼種 1、鋼種 2 及び鋼種 3 の各試験片（寸法はいずれも $\phi 6.5 \times 6\text{ mm}$ ）について、950°C で 20 時間浸炭処理又は浸炭窒化処理を施し、所定の脱水素処理を行なった。

【0041】表 1 は、鋼種 1、鋼種 2 及び鋼種 3 の成分組成を示し、表 2 は、各処理 A ~ H の浸炭処理条件又は浸炭窒化処理条件、脱水素処理条件、測定結果（L₁₀ 寿命（サイクル）、水素濃度（ppm））を示している。表 2 中、処理 A ~ D は本発明の実施例、処理 E ~ H は比較例である。

【0042】

【表 1】

鋼種	C (重量 %)	S i (重量 %)	Mn (重量 %)	Ni (重量 %)	C r (重量 %)	M o (重量 %)
1	0.41	0.25	0.72	0.10	1.05	0.23
2	0.31	0.21	0.81	0.08	1.48	0.99
3	0.20	0.29	0.53	3.50	0.17	0.17

【0043】

【表 2】

実 施 例	処理	浸炭処理条件 (浸炭窒化処理条件)	脱水素処理条件				測定結果	
			加熱保持 温度 (°C)	真密度 (Torr)	保持時間 (hr)	鋼種	L ₁₀ 寿命 (10 ⁶ サイクル)	水素濃度 (ppm)
E	A	950°C × 20 時間 浸炭	950	0.10	0.5	1	38	0.55
	B	950°C × 20 時間 浸炭	650	0.10	0.5	2	41	0.69
	C	950°C × 20 時間 浸炭	650°C 再加熱	0.10	0.5	3	46	0.75
F	D	950°C × 20 時間 浸炭化	650	0.10	0.5	1	42	0.12
	E	950°C × 20 時間 浸炭	250	0.10	0.5	2	44	0.22
	F	950°C × 20 時間 浸炭	650	大気压 (N ₂ , 氮ガス)	0.5	3	50	0.20
G	G	950°C × 20 時間 浸炭	650	2.00	0.5	1	40	0.32
	H	950°C × 20 時間 浸炭	室温	0.10	20	2	43	0.29
	H	950°C × 20 時間 浸炭	室温	0.10	20	3	45	0.33
H	H	950°C × 20 時間 浸炭	室温	0.10	0.5	1	44	0.20
	I	950°C × 20 時間 浸炭	室温	0.10	0.5	2	51	0.31
	J	950°C × 20 時間 浸炭	室温	0.10	0.5	3	53	0.38
H	K	950°C × 20 時間 浸炭	室温	0.10	0.5	1	13	2.23
	L	950°C × 20 時間 浸炭	室温	0.10	0.5	2	25	1.23
	M	950°C × 20 時間 浸炭	室温	0.10	0.5	3	29	2.00
H	N	950°C × 20 時間 浸炭	室温	0.10	0.5	1	7	3.85

寿命測定については各処理A～Hを施した後、840℃で焼入硬化処理を施し、その後160℃で90分間焼戻処理を施し、寿命試験を行なってL₁₀寿命を測定した。

【0044】また、水素濃度については、上記高温真空融解法（JIS Z 2614）によって鋼中の総水素量を測定し、該総水素量から鋼中の水素濃度を算出した。

【0045】本実施例（A～D）の処理条件は以下の通りである。

【0046】【処理A】浸炭処理後、温度950℃で0.5時間、真空中度0.1Torrで脱水素処理を施した後、大気放冷した。

【0047】【処理B】浸炭処理後、温度650℃に窒素ガス冷却し、該温度650℃で0.5時間、真空中度0.1Torrで脱水素処理を施した後、大気放冷した。

【0048】【処理C】浸炭処理後、室温まで放冷した後、温度650℃に再加熱し、該温度650℃で0.5時間、真空中度0.1Torrで脱水素処理を施した後、大気放冷した。

【0049】【処理D】浸炭窒化処理後、温度650℃に窒素ガス冷却し、該温度650℃で0.5時間、真空中度0.1Torrで脱水素処理を施した後、大気放冷した。

【0050】一方、比較例（E～H）の処理条件は以下の通りである。

【0051】【処理E】浸炭処理後、温度250℃に窒素ガス冷却し、該温度250℃で0.5時間、真空中度0.1Torrで脱水素処理を施した後、大気放冷した。

【0052】【処理F】浸炭処理後、温度650℃に窒素ガス冷却し、該温度650℃で0.5時間、真空中度2Torrで脱水素処理を施した後、大気放冷した。

【0053】【処理G】浸炭処理後、温度650℃に窒素ガス冷却し、窒素雰囲気下（大気圧）で温度650℃で0.5時間で脱水素処理を施した後、大気放冷した。

【0054】【処理H】浸炭処理後、室温まで大気放冷した後、該室温で20時間、真空中度0.1Torrで脱水素処理を施した。

【0055】表2から明らかなように、処理A～Dにおいては、鋼種1、鋼種2、鋼種3の種類の如何に拘わらず水素濃度が1ppm以下に低下し、しかもこれらの寿

命も良好な結果が得られることが判る。

【0056】一方、処理Eは加熱保持温度が250℃と低いため、拡散性水素は放出されたものの、非拡散性水素の放出はなされないため、水素濃度が2.23ppmと1ppm以上になり、L₁₀寿命も本実施例処理A～Dに比べ極端に低下している。これは一般に拡散性水素が存在しなければ、遅れ破壊を防止することができるとされているが、実際には試験片中に非拡散性水素が残存しているため、応力負荷により拡散性水素と類似の挙動を行なうためと考えられる。したがって、これらのことからも拡散性水素のみならず非拡散性水素をも除去する必要があることが判る。

【0057】処理F及び処理Gは、いずれも真空中度が1Torrより低真空であるため、水素の排出量が少なくなる。このため、試験片の水素濃度は1ppm以上となり、L₁₀寿命が低下している。

【0058】処理Hは、真空中度が1Torr以下で20時間保持しているが、室温で保持しているため、試験片中の水素が殆ど排出されず、試験片中の水素濃度が高い状態を維持し、その結果L₁₀寿命も極端に低下する結果となつた。

【0059】

【発明の効果】このように本発明に係る機械部品の脱水素処理方法は、所定条件下で浸炭処理又は浸炭窒化処理をした後、真空中で加熱保持して脱水素処理を施すので、設備の大幅な変更を必要とせず、従来の設備に真空設備を加えるか、或いは真空置換設備が既に装備されている場合は該真空置換設備を流用することのみで、浸炭処理時又は浸炭窒化処理時に侵入した機械部品内の水素濃度を大幅に低下させることができ、白点性欠陥や遅れ破壊等の材料欠陥に対して安全性を高めることができ、耐久性の向上した機械部品を得ることができる。

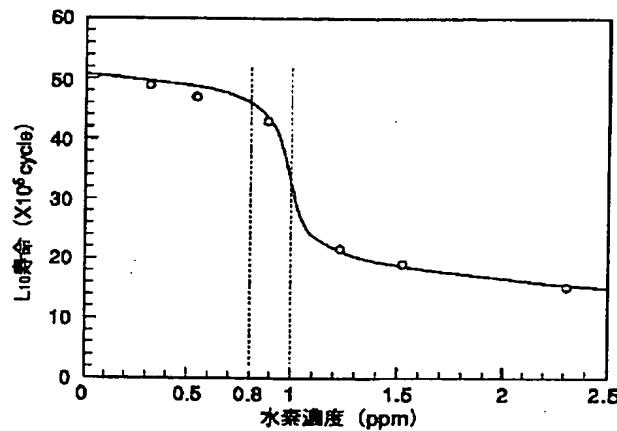
【図面の簡単な説明】

【図1】水素濃度と機械部品の寿命との関係を示す特性図である。

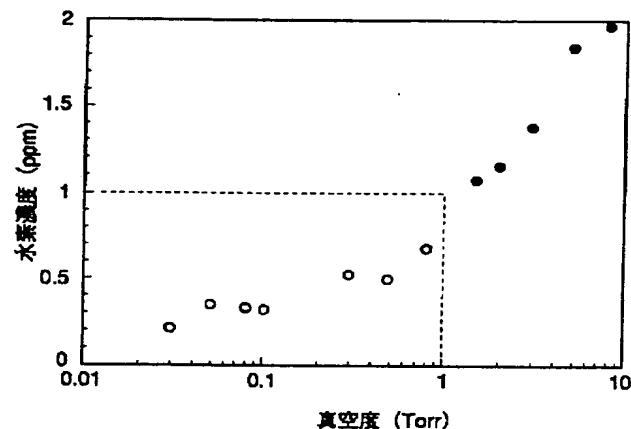
【図2】加熱温度と機械部品からの水素放出速度との関係を示す特性図である。

【図3】真空中度と水素濃度との関係を示す特性図である。

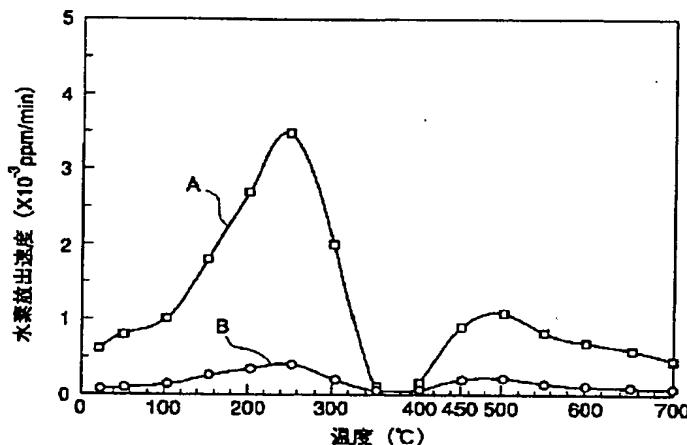
【図 1】



【図 3】



【図 2】



【手続補正書】

【提出日】平成 9 年 2 月 20 日

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正内容】

【0004】このため、近年では、真空排気装置を設

け、処理品である機械部品の炉内への搬入や浸炭処理後等の焼入時に真空置換を行なう方法が採用されており、また実公報 3-45946 号公報では浸炭処理後に真空中で拡散処理を施して酸素分圧を低下させることにより、処理材表面の酸化物を除去し、煤の付着を防止する技術が提案されている。